Canadian General Standards Board

Office des normes générales du Canada

1-GP-71
Method 66.1
October 1982

(F)1-GP-71
Méthode 66.1
Octobre 1982

WITHDRAWAL

RETRAIT

August 1988

Août 1988

CANADIAN GENERAL
STANDARDS BOARD

OFFICE DES NORMES
GÉNÉRALES DU CANADA

HYDROCARBONS AND ESTERS
ESTER CONTENT

HYDROCARBURES ET ESTERS
TENEUR EN ESTERS

This test method is hereby withdrawn. It has been determined that it is no longer used because the standard that referenced it has been withdrawn.

Cette méthode d'essai est retirée par le présent avis. Il a été établi qu'elle n'est plus utilisée dans la mesure où la norme qui s'y référait a également été retirée.

Canada

Canadian General Standards Board

CGSB Ottawa Canada K1A 1G6	Methods of Testing Paints and Pigments	CGSB 1-GP-71
	HYDROCARBONS AND ESTERS ESTER CONTENT	METHOD 66.1 October 1982

Supersedes Issue of
August 1974

Withdrawn/Retirée

SCOPE

This method is for use in determining the per cent by volume of esters in lacquer thinners. It is based on the volume of solvent soluble in concentrated sulfuric and phosphoric acids after first removing water soluble alcohols. If necessary, the amount of ester in the water extract is determined by saponification.

APPARATUS AND REAGENTS

(a) 250 mL separatory funnel

(b) Graduated cylinders

(c) 250 mL volumetric flask

(d) 10 mL pipette

(e) 250 mL alkali resistant Erlenmeyer flask

(f) Acid mix — add 100 parts by volume 96% H_2SO_4 to 170 parts by volume 85% H_3PO_4, mix and cool before using.

(g) 0.5 mol/L KOH or NaOH

(H) 0.5 mol/L HC1, standardized

(j) 1% phenolphthalein in ethanol

PROCEDURE

Place 100 mL of the thinner in a separatory funnel and extract with three successive 75 mL portions of water, the water extractions being combined and set aside. Carefully measure the volume "A" of the remaining liquid. Shake this liquid with an equal volume of a mixture of 100 mL concentrated H_2SO_4 and 170 mL of 85% H_3PO_4 and discard the lower layer. Carefully measure the volume "B" of the upper layer.

The content of esters is taken as A minus B. Volume B is taken as the hydrocarbon content. If the ester content is found to be less than that required, determine the ester content (calculated to the equivalent of ethyl acetate) "D" of the water extract by the procedure outlined below. Add this value, "D" mL ethyl acetate, to the ester content determined above, A - B.

$$\text{Total ester content, \% by volume of the sample} = \frac{A - B + D}{100} \times 100$$

DETERMINATION OF ESTER "D" OF THE WATER EXTRACT

Transfer the combined water extracts to a 250 mL volumetric flask, dilute to the mark with water, and mix.

Transfer a 10.00 mL aliquot to an alkali resistant saponification flask. Carefully neutralize to phenolphthalein. Prepare a blank with 10 mL of water and treat similarly.

Add 25.00 mL of 0.5 mol/L NaOH or KOH to both sample and blank and reflux for 30-40 min.

Cool and add 25 mL water through the condenser. Disconnect the flask, add more phenolphthalein indicator if necessary, and titrate the excess alkali with standard 0.5 mol/L HCL in both sample and blank.

$$\text{Ester Content of water extracts "D"} = \frac{(V_B - V_S) \times C \times 0.088 \times 25 \text{ mL}}{0.90}$$

where V_B = Vol of std HC1 to neutralize the blank
V_S = Vol of std HC1 to neutralize the sample
C = Concentration of the standard HC1
0.088 = Milliequivalent mass of $CH_3COOC_2H_5$ (ethyl acetate, relative density, 0.90)

Withdrawn/Retirée

Office des normes générales du Canada

ONGC Ottawa Canada K1A 1G6	Méthodes d'essai des peintures et pigments	ONGC (F)1-GP-71
	HYDROCARBURES ET ESTERS TENEUR EN ESTERS	MÉTHODE 66.1 Octobre 1982

Remplace l'édition d'août 1974

Withdrawn/Retirée

OBJET

La présente méthode vise la détermination du pourcentage d'esters, en volume, contenu dans les diluants pour produits-laque. Elle se fonde sur le volume de solvant soluble dans des acides sulfuriques et phosphoriques après extraction des alcools solubles dans l'eau. Au besoin, on détermine, par saponification, la quantité d'esters contenus dans l'extrait aqueux.

APPAREILLAGE ET RÉACTIFS

a. Ampoule à décanter de 250 mL
b. Éprouvettes graduées
c. Fiole jaugée de 250mL
d. Pipette de 10 mL
e. Erlenmeyer de 250 mL résistant aux alcalis
f. Mélange acide — ajouter 100 volumes de H_2SO_4 à 96% à 170 volumes de H_3PO_4 à 85%, mélanger et laisser refroidir avant usage
g. KOH ou NaOH à 0.5 mol/L
h. HCl à 0.5 mol/L étalonné
i. Solution à 1% de phénolphtaléine dans l'éthanol

MODE OPÉRATOIRE

Introduire 100 mL du diluant dans une ampoule à décanter et extraire avec trois portions successives de 75 mL d'eau. Combiner et conserver les extraits aqueux. Mesurer avec précision le volume "A" du liquide qui reste. Après addition d'un volume identique d'un mélange composé de 100 mL de H_2SO_4 concentré et de 170 mL de H_3PO_4 à 85%, agiter et jeter la couche inférieure. Mesurer soigneusement le volume "B" de la couche supérieure.

La teneur en esters est calculée en soustrayant "B" de "A", le volume "B" représentant la teneur en hydrocarbures. Si la teneur en esters ainsi calculée s'avère inférieure à la teneur prescrite, déterminer la teneur en esters (calculée en tant qu'équivalent de l'acétate d'éthyle) "D" de l'extrait aqueux de la façon décrite ci-dessous. Additionner ce "D" mL d'acétate d'éthyle et la teneur en esters A — B déterminée ci-dessus.

$$\text{Teneur totale en esters, \% en volume d'échantillon} = \frac{A - B + D}{100} \times 100$$

DÉTERMINATION DE LA TENEUR "D" EN ESTERS DE L'EXTRAIT AQUEUX

Transvaser la totalité des extraits aqueux dans une fiole jaugée de 250 mL. Compléter au trait de l'eau et mélanger.

Transvaser une partie aliquote de 10.00 mL de la solution dans un ballon à saponification résistant aux alcalis. Neutraliser soigneusement au point d'achèvement de la phénolphtaléine. Procéder à un essai à blanc avec 10 mL d'eau en suivant le même mode opératoire.

Ajouter 25.00 mL de NaOH ou de KOH à 0.5 mol/L à la prise d'essai et à l'échantillon à blanc. Chauffer au reflux pendant 30 à 40 min.

Refroidir, puis ajouter 25 mL d'eau par le réfrigérant. Détacher le ballon, ajouter encore de la phénolphtaléine au besoin et titrer l'excès d'alcali contenu dans la prise et dans l'échantillon à blanc par l'addition de HCl étalon à 0.5 mol/L.

$$\text{Teneurs en esters "D" des extraits aqueux} = \frac{(V_B - V_E) \times C \times 0.088 \times 25 \text{ mL}}{0.90}$$

où V_B = volume de HCl étalon nécessaire à la neutralisation de l'échantillon à blanc

V_E = volume de HCl étalon nécessaire à la neutralisation de l'échantillon

C = concentration du HCl étalon

0.088 = masse en milliéquivalent du $CH_3COOC_2H_5$ (acétate d'éthyle, densité relative de 0.90)

Withdrawn/Retirée